

Программа утверждена на заседании
Ученого Совета химического факультета
МГУ имени М.В.Ломоносова
Протокол № 4 от 3 июня 2015 г.

Рабочая программа дисциплины (модуля)

1. Наименование дисциплины (модуля): КОЛИЧЕСТВЕННЫЕ АСПЕКТЫ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ

Краткая аннотация: Спецкурс предназначен для аспирантов, применяющих в своих научных исследованиях масс-спектральные методы. Целью данного спецкурса является выработка у аспиранта представлений о масс-спектральных методах, позволяющих получать количественные результаты. Акцент сделан на трех основных количественных аспектах применения масс-спектрометрии: хромато-масс-спектрометрия, изотопная масс-спектрометрия отношений и масс-спектрометрии в физической химии. Таким образом, спецкурс является логическим продолжением спецкурса "Современная масс-спектрометрия", читаемым студентам VI курса. Курс состоит из четырех разделов. Первый представляет собой вводную часть, рассматривающую принципиальные основы масс-спектрометрии. Остальные три раздела (хромато-масс-спектрометрия, изотопная масс-спектрометрия и масс-спектрометрии в физической химии) представляют основное содержание.

2. Уровень высшего образования – подготовка научно-педагогических кадров в аспирантуре

3. Направление подготовки: 04.06.01 Химические науки, **направленность**: Физическая химия

4. Место дисциплины (модуля) в структуре ООП: вариативная часть ООП, блок 1 «Дисциплины (модули)»

5. Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю), соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы (компетенциями выпускников)

Формируемые компетенции (код компетенции)	Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю)
УК-1 способность к критическому анализу и оценке современных научных достижений, генерированию новых идей при решении исследовательских и практических задач, в том числе в междисциплинарных областях	У1 (УК-1) Уметь критически оценивать литературные результаты
ОПК-1 способность самостоятельно осуществлять научно-исследовательскую деятельность в соответствующей профессиональной области с использованием современных методов исследования и информационно-коммуникационных технологий	У1 (ОПК-1) Уметь представлять полученные результаты в отчетах, докладах и научных статьях
ПК-4 способность к самостоятельному проведению научно-исследовательской работы и получению научных результатов, удовлетворяющих установленным требованиям к содержанию диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук по направленности (научной специальности) 02.00.04 Физическая химия	39 (ПК-4) Знать основные принципы работы масс-спектрального оборудования 310 (ПК-4) Знать особенности применения масс-спектрометрии для определения количественных характеристик
	311 (ПК-4) Знать возможности, преимущества и недостатки количественных масс-спектральных методик, а также проблемы количественной масс-спектрометрии
	У10 (ПК-4) Уметь подбирать масс-спектральные методы для решения конкретных количественных задач У11 (ПК-4) Уметь интерпретировать результаты масс-спектральных методов.
	В3 (ПК-4) Владеть навыками применения количественных масс-спектральных методик в выбранной области исследования В4 (ПК-4) Владеть физико-химическим аппаратом масс-спектральных методов

6. Объем дисциплины (модуля) в зачетных единицах с указанием количества академических часов, выделенных на контактную работу обучающихся с преподавателем (по видам учебных занятий) и на самостоятельную работу обучающихся:

Наименование и краткое содержание разделов и тем дисциплины (модуля), форма промежуточной аттестации по дисциплине (модулю)	Всего (часы)	В том числе								
		Контактная работа (работа во взаимодействии с преподавателем), часы из них						Самостоятельная работа обучающегося, часы из них		
		Занятия лекционного типа	Занятия семинарского типа	Групповые консультации	Индивидуальные консультации	Учебные занятия, направленные на проведение текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации	Всего	Выполнение домашних заданий	Подготовка рефератов и т.п.	Всего
<p><i>Раздел 1. Вводный концентр. Принципиальные основы масс-спектрометрии</i></p> <p>Тема 1. Основные понятия и единицы измерения в масс-спектрометрии.</p> <p>Тема 2. Методы ионизации.</p> <p>Тема 3. Масс-анализ и детектирование ионов</p>	12	6					6	6		6

Наименование и краткое содержание разделов и тем дисциплины (модуля), форма промежуточной аттестации по дисциплине (модулю)	Всего (часы)	В том числе								
		Контактная работа (работа во взаимодействии с преподавателем), часы из них					Самостоятельная работа обучающегося, часы из них			
		Занятия лекционного типа	Занятия семинарского типа	Групповые консультации	Индивидуальные консультации	Учебные занятия, направленные на проведение текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации	Всего	Выполнение домашних заданий	Подготовка рефератов и т.п.	Всего
<p>Раздел 2. Хромато-масс-спектрометрия</p> <p>Тема 4. Совмещение масс-спектрометра с газовым хроматографом. Способы представления данных в хромато-масс-спектрометрии.</p> <p>Тема 5. Хроматография/танDEMная масс-спектрометрия. Основные режимы работы системы из трех квадруполов.</p> <p>Тема 6. Количественный анализ с применением хромато-масс-спектрометрии.</p>	24	10		1	2	1	14	10		10

Наименование и краткое содержание разделов и тем дисциплины (модуля), форма промежуточной аттестации по дисциплине (модулю)	Всего (часы)	В том числе								
		Контактная работа (работа во взаимодействии с преподавателем), часы из них						Самостоятельная работа обучающегося, часы из них		
		Занятия лекционного типа	Занятия семинарского типа	Групповые консультации	Индивидуальные консультации	Учебные занятия, направленные на проведение текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации	Всего	Выполнение домашних заданий	Подготовка рефератов и т.п.	Всего
<p>Раздел 3. Масс-спектрометрия в физической химии</p> <p>Тема 7. Определение энергии ионизации по кривым эффективности ионизации.</p> <p>Тема 8. Эффузионный метод Кнудсена. Высокотемпературная (Кнудсеновская) масс-спектрометрия.</p> <p>Тема 9. Термическая поверхностная ионизация. Метод ион-молекулярных равновесий.</p> <p>Тема 10. Определение энергий ионизации и электронного сродства.</p>	24	10		1	2	1	14	10		10

Наименование и краткое содержание разделов и тем дисциплины (модуля), форма промежуточной аттестации по дисциплине (модулю)	Всего (часы)	В том числе								
		Контактная работа (работа во взаимодействии с преподавателем), часы из них					Самостоятельная работа обучающегося, часы из них			
		Занятия лекционного типа	Занятия семинарского типа	Групповые консультации	Индивидуальные консультации	Учебные занятия, направленные на проведение текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации	Всего	Выполнение домашних заданий	Подготовка рефератов и т.п.	Всего
<p>Раздел 4. Изотопная масс-спектрометрия</p> <p>Тема 11. Точное значение молекулярной массы и изотопное распределение.</p> <p>Тема 12. Масс-спектрометрия изотопных отношений легких элементов (H, C, N, O). Особенности оборудования.</p> <p>Тема 13. Практические аспекты применения масс-спектрометрии изотопных отношений легких элементов.</p> <p>Тема 14. Изотопная масс-спектрометрия других элементов. Масс-спектральное датирование по радиоуглероду.</p>	24	10			2		12	12		12
Промежуточная аттестация: <u>зачет</u>	24					8	8	16		16
Итого	108	36		2	6	10	54	54		54

8. Образовательные технологии:

Проводятся традиционные лекции с использованием мультимедийных презентаций; интерактивные лекции, в ходе которых аспиранты под контролем лектора выполняют задания, способствующие практическому усвоению лекционного материала; лекции-демонстрации проблемного характера, посвященные приемам выполнения различных этапов структурного анализа. Демонстрации составлены на основе результатов исследований, проведенных авторами программы дисциплины.

9. Учебно-методические материалы для самостоятельной работы по дисциплине (модулю):

В качестве домашнего задания аспирантам будет предложено самостоятельно изучить некоторые элементы тем программы, самостоятельно проводить анализ научной литературы и научной или научно-популярной информации, касающейся масс-спектрометрии, и самостоятельно подготовить ответы на ряд вопросов для зачета

10. Ресурсное обеспечение:

Перечень основной, вспомогательной и периодической литературы ко всему курсу

Основная литература

1. А.Т. Лебедев. *Масс-спектрометрия в органической химии*. Издание Второе переработанное. М.: «Техносфера», 2015
2. В.Г. Заикин, А.В. Варламов, А.И. Микая, Н.С. Простаков. *Основы масс-спектрометрии органических соединений*. М.: МАИК «Наука/Интерпериодика», 2001
3. Л.Н. Сидоров, М.В. Коробов, Л.В. Журавлёва. *Масс-спектральные термодинамические исследования*. М.: Изд. МГУ, 1985
4. А.М. Зякун. *Теоретические основы изотопной масс-спектрометрии в биологии*. Пушино: «Фотон-век», 2010
5. И. Лаваньини, Ф. Маньо, Р. Сералья, П. Тральди. *Количественные методы в масс-спектрометрии*. Пер. с англ. Ю.О. Каратассо. Под ред. Е.Н. Николаева. М.: «Техносфера», 2008
6. А.Т. Лебедев. *Масс-спектрометрия для анализа объектов окружающей среды*. М.: «Техносфера». 2013
7. В.А. Иоутси, В.Ю. Марков, С.А. Соколов. *Современная масс-спектрометрия*. Методическое пособие по спецкурсу "Современная масс-спектрометрия". М.: МДМ-принт, 2015

Дополнительная литература

1. В.Ю. Марков, Л.Н. Сидоров. *Применение масс-спектрометрии матрично-активированной лазерной десорбции/ионизации к фуллеренам и их производным*. М.: Отдел оперативной печати и информации Химического факультета МГУ, 2009

2. *Практикум по физической химии: Физические методы исследования*. Под ред. М.Я. Мельникова, Е.П. Агеева и В.В. Лунина. М.: Изд. центр «Академия», 2014

Периодическая литература

1. Marshall A.G., Comisarow M.B., Parisod G. Relaxation and spectral line shape in Fourier transform ion resonance spectroscopy // *J. Chem. Phys.* 1979. Vol. 71, N 11. P. 4434–4444
2. Spengler B. Post-source decay analysis in matrix-assisted laser desorption/ionization mass spectrometry of biomolecules // *J. Mass Spectrom.* 1997. Vol. 32, N 10. P. 1019–1036
3. Zenobi R., Knochenmuss R. Ion formation in MALDI mass spectrometry // *Mass Spectrom. Rev.* 1998. Vol. 17, N 5. P. 337–366
4. Makarov A. Electrostatic axially harmonic orbital trapping: a high-performance technique of mass analysis // *Anal. Chem.* 2000. Vol. 72, N 6. P. 1156–1162
5. Karas M, Krüger R. Ion Formation in MALDI: The Cluster Ionization Mechanism // *Chem. Rev.* 2003. Vol. 103, N 2. P. 427–439
6. Zhigilei L.V., Leveugle E., Garrison B.J., Yingling Y.G., Zeifman M.I. Computer simulations of laser ablation of molecular substrates // *Chem. Rev.* 2003. Vol. 103, N 2. P. 321–347
7. Kebarle P., Verkerk U.H. Electrospray: from ions in solution to ions in the gas phase, what we know now // *Mass Spectrom. Rev.* 2009. Vol. 28, N 6. P. 898–917
8. Markov V.Yu., Borschevsky A.Ya., Sidorov L.N. MALDI mass spectrometry of fullerene derivatives // *Int. J. Mass Spectrom.* 2012. Vol. 325–327, N 1. P. 100–112

Перечень используемых информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса, включая программное обеспечение, информационные справочные системы:

- Всероссийское масс-спектрометрическое общество: <http://www.vmsso.ru>
- Химический электронный справочник NIST: <http://webbook.nist.gov/chemistry/>

11. Язык преподавания – русский

12. Преподаватели:

1. МАРКОВ ВИТАЛИЙ ЮРЬЕВИЧ, ведущий научный сотрудник, доктор химических наук, доцент, markoff5@yandex.ru, (495)9395373
2. ИОУТСИ ВИТАЛИЙ АЛЕКСЕЕВИЧ, старший научный сотрудник, кандидат химических наук, vitalik_org@mail.ru, (495)9395396

Фонды оценочных средств, необходимые для оценки результатов обучения

1. Планируемые результаты обучения для формирования компетенций п.5 и соответствующие им критерии оценивания приведены в Приложении 1.
2. Образцы оценочных средств для текущего контроля усвоения материала и промежуточной аттестации - зачета.

Образцы контрольных вопросов для промежуточной аттестации - зачета:

1. Ионы. Заряд и зарядовое число. Классификация ионов
2. Масс-спектрометры: основные элементы и системы их поддержки, характеристики, способы классификации
3. Ионизация газообразных веществ. Электронный удар. Захват электрона. Химическая ионизация
4. Деструктивные методы ионизации
5. Матрично-активированная лазерная десорбция/ионизация: основные принципы
6. Распылительные методы ионизации: принципиальные особенности, разновидности
7. Магнитный статический масс-анализатор: принцип действия, основное уравнение (с выводом)
8. Времяпролетный масс-анализатор: принцип действия, основное уравнение (с выводом)
9. Ионный рефлектор: принцип действия. Метастабильные пики
10. Квадрупольный масс-фильтры и ионные ловушки: принцип действия
11. Ионный циклотронный резонанс: принцип действия
12. Орбитальная ионная ловушка: принцип действия
13. Детектирование ионов. Величины ионных токов и возможности их измерения: способы умножения и усиления сигналов, счет ионов. Характеристики детекторов
14. Главная проблема получения количественных результатов (кроме m/z) масс-спектральными методами
15. Какие объекты целесообразно анализировать с применением ГХ-МС, а какие – с применением ЖХ-МС?
16. В чём преимущества количественного анализа с использованием тандемной хромато-масс-спектрометрии перед детектированием в широком диапазоне масс?
17. Какая из существующих систем масс-анализаторов в тандемной масс-спектрометрии предпочтительнее для работы в режиме ММР? Ответ мотивируйте
18. Предложите условия для масс-спектрометрического детектирования с целью количественного определения компонентов: а) смеси полиароматических углеводов в условиях полного разделения в ГХ, б) смеси полихлорированных дибензофуранов и дибензо-*пара*-диоксинов в условиях неполного разделения в ВЭЖХ, в) смеси природных аминокислот в условиях полного разделения в ВЭЖХ, г) смеси полипептидов в условиях неполного разделения в ВЭЖХ

19. В чём преимущества и недостатки метода изотопного разбавления по сравнению с методом внутреннего стандарта без изотопных меток?
20. В каких случаях метод ММР оказывается неприменимым для количественного анализа? Приведите примеры.
21. Энергия ионизации и энергия появления ионов. Вычисления энергий появления из кривых эффективности ионизация. Вертикальная и адиабатическая энергия появления. Принцип Франка – Кондона
22. Способы обработки кривых эффективности ионизации. Калибровка шкалы энергии ионизирующего электрона. Выбор иона сравнения
23. Эффузионный метод Кнудсена. Уравнение Герца – Кнудсена (с выводом)
24. Высокотемпературная (кнудсеновская) масс-спектрометрия. Уравнение, связывающее давление в эффузионной камере с ионным током
25. Определение энтальпий сублимации (испарения) и абсолютных величин давления пара методом высокотемпературной масс-спектрометрии. Способы определения коэффициента чувствительности
26. Термическая поверхностная ионизация. Уравнения Саха – Ленгмюра. Работа выхода поверхности. Вытягивание ионов из эффузионной ячейки. Области электрического поля в ячейке при приложении к ней потенциала
27. Сродство к электрону. Метод ион-молекулярных равновесий. Комбинированный ионный источник
28. Проверка достижения ион-молекулярного равновесия. Рассыщение пара
29. Способы обработки данных метода ион-молекулярных равновесий. Процедуры обработки "по второму закону" и "по третьему закону". Справедливость приближения $\Delta_r \Phi^0_T = 0$
30. Метод скобок. Молекула сравнения. Охлаждение ионов
31. Массовое число, точное значение массы, среднее значение массы: определение, различия, единицы измерения. Изотоп, изотопмер, изотопное распределение
32. Масс-спектрометрия изотопных отношений легких элементов. Элементы, изотопы и молекулярные формы
33. Величины и техника измерений в изотопной масс-спектрометрии. Стандартные образцы
34. Особенности экспериментального оборудования и пробоподготовки в масс-спектрометрии изотопных отношений. Многоколлекторные масс-спектрометры
35. Области практического применения и возможности масс-спектрометрии изотопных соотношений
36. Радиоуглеродное датирование. Ускорительная масс-спектрометрия

Текущий контроль усвоения материала проводится в виде беседы (коллоквиума) по вопросам зачета

Вопросы (элементы) тем для самостоятельного изучения:

1. Типы и принципы действия форвакуумных и высоковакуумных насосов в современных масс-спектрометрах

2. Многофотонная ионизация
3. Полевая ионизация и полевая десорбция
4. Расчет изотопного распределения и точного значения массы изотопомеров для сложных молекул
5. Спектрометрия ионной подвижности: основные принципы
6. Оценка состояния рынка масс-спектрального оборудования в России и мире
7. Анализ возможностей применения в масс-спектрометрии изотопных отношений различных масс-анализаторов
8. Библиотеки масс-спектров и работа с ними
9. Достоверность радиоуглеродного датирования. Туринская плащаница: представительность пробы
10. Особенности испарения ряда веществ
11. Испарение ионных жидкостей. Состав пара

Методические материалы для проведения процедур оценивания результатов обучения

Зачет происходит в форме индивидуального собеседования по перечисленным в списке вопросам. На зачете производят проверку степени систематических представлений об основных принципах применения масс-спектрометрии для определения количественных характеристик (помимо m/z), возможностях, преимуществах и недостатках количественных масс-спектральных методик, проблемах количественной масс-спектрометрии. Достижение результатов обучения проверяют по ответам минимум на три вопроса (основные вопросы). В зависимости от ответов на основные вопросы аспиранту могут быть предложены и дополнительные вопросы, которые могут включать в себя и численные задачи.

Оценочные средства для промежуточной аттестации по дисциплине «Количественные аспекты масс-спектрометрии» на основе карт компетенций выпускников

РЕЗУЛЬТАТ ОБУЧЕНИЯ по дисциплине (модулю)	КРИТЕРИИ ОЦЕНИВАНИЯ РЕЗУЛЬТАТА ОБУЧЕНИЯ по дисциплине (модулю) и ШКАЛА ОЦЕНИВАНИЯ					ПРОЦЕДУРЫ ОЦЕНИВАНИЯ*
	1	2	3	4	5	
У1 (УК-1) Уметь критически оценивать литературные результаты	Отсутствие умений	Умение критически оценивать научные результаты в ряде случаев	Шаблонное умение критически оценивать научные результаты	В целом достаточно полное, но содержащее отдельные пробелы умение критически оценивать научные результаты	Полное умение критически оценивать научные результаты	Дополнительный вопрос в ходе зачета
У1 (ОПК-1) Уметь представлять полученные результаты в отчетах, докладах и научных статьях	Отсутствие умений	Умение представлять только некоторые полученные результаты в отчетах, докладах и научных статьях	Шаблонное умение представлять полученные результаты в отчетах, докладах и научных статьях	В целом достаточно полное, но содержащее отдельные пробелы умение представлять полученные результаты в отчетах, докладах и научных статьях	Сформированное умение гибко представлять полученные результаты в отчетах, докладах и научных статьях	Дополнительный вопрос в ходе зачета

РЕЗУЛЬТАТ ОБУЧЕНИЯ по дисциплине (модулю)	КРИТЕРИИ ОЦЕНИВАНИЯ РЕЗУЛЬТАТА ОБУЧЕНИЯ по дисциплине (модулю) и ШКАЛА ОЦЕНИВАНИЯ					ПРОЦЕДУРЫ ОЦЕНИВАНИЯ*
	1	2	3	4	5	
39 (ПК-4) Знать основные принципы работы масс-спектрального оборудования	Отсутствие знаний	Фрагментарные знания о принципах работы масс-спектрального оборудования	Несистематические знания о принципах работы масс-спектрального оборудования	Сформированные, но содержащие отдельные пробелы знания о принципах работы масс-спектрального оборудования	Сформированные и систематические знания о принципах работы масс-спектрального оборудования	Основной вопрос в ходе зачета
310 (ПК-4) Знать особенности применения масс-спектрометрии для определения количественных характеристик	Отсутствие знаний	Фрагментарные знания об особенностях применения масс-спектрометрии для определения количественных характеристик	Ограниченные представления об особенностях применения масс-спектрометрии для определения количественных характеристик	Сформированные, но содержащие отдельные пробелы знания об особенностях применения масс-спектрометрии для определения количественных характеристик	Сформированные и систематические знания об особенностях применения масс-спектрометрии для определения количественных характеристик	Основной вопрос в ходе зачета

РЕЗУЛЬТАТ ОБУЧЕНИЯ по дисциплине (модулю)	КРИТЕРИИ ОЦЕНИВАНИЯ РЕЗУЛЬТАТА ОБУЧЕНИЯ по дисциплине (модулю) и ШКАЛА ОЦЕНИВАНИЯ					ПРОЦЕДУРЫ ОЦЕНИВАНИЯ*
	1	2	3	4	5	
311 (ПК-4) Знать возможности, преимущества и недостатки количественных масс-спектральных методик, а также проблемы количественной масс-спектрометрии	Отсутствие знаний	Фрагментарные знания о возможностях, преимуществах и недостатках количественных масс-спектральных методик, и проблемах количественной масс-спектрометрии.	Ограниченные представления о возможностях, преимуществах и недостатках количественных масс-спектральных методик, и проблемах количественной масс-спектрометрии.	Сформированные, но содержащие отдельные пробелы знания о возможностях, преимуществах и недостатках количественных масс-спектральных методик, и проблемах количественной масс-спектрометрии.	Сформированные и систематические знания о возможностях, преимуществах и недостатках количественных масс-спектральных методик, и проблемах количественной масс-спектрометрии	Основной вопрос в ходе зачета
У10 (ПК-4) Уметь подбирать масс-спектральные методы для решения конкретных количественных задач	Отсутствие умений	Умение подбирать масс-спектральные методы для решения только некоторых количественных задач	Шаблонное умение подбирать масс-спектральные методы для решения конкретных количественных задач	В целом достаточно полное, но содержащее отдельные пробелы умение подбирать масс-спектральные методы для решения конкретных количественных задач	Сформированное умение гибко подбирать масс-спектральные методы для решения конкретных количественных задач	Основной вопрос в ходе зачета

РЕЗУЛЬТАТ ОБУЧЕНИЯ по дисциплине (модулю)	КРИТЕРИИ ОЦЕНИВАНИЯ РЕЗУЛЬТАТА ОБУЧЕНИЯ по дисциплине (модулю) и ШКАЛА ОЦЕНИВАНИЯ					ПРОЦЕДУРЫ ОЦЕНИВАНИЯ*
	1	2	3	4	5	
У11 (ПК-4) Уметь интерпретировать результаты масс-спектральных методов	Отсутствие умений	Умение интерпретировать только некоторые результаты масс-спектральных методов	Шаблонное умение интерпретировать результаты масс-спектральных методов	В целом достаточно полное, но содержащее отдельные пробелы умение интерпретировать результаты масс-спектральных методов	Полное умение интерпретировать результаты масс-спектральных методов	Дополнительный вопрос в ходе зачета
В3 (ПК-4) Владеть навыками применения количественных масс-спектральных методик в выбранной области исследования	Отсутствие владения	Неполное владение отдельными навыками применения количественных масс-спектральных методик в выбранной области исследования	Поверхностное владение навыками применения количественных масс-спектральных методик в выбранной области в ряде шаблонных случаев	Довольно полное, но содержащее отдельные пробелы владение навыками применения количественных масс-спектральных методик в выбранной области исследования	Сформированное систематическое владение навыками применения количественных масс-спектральных методик в выбранной области исследования	Дополнительный вопрос в ходе зачета
В4 (ПК-4) Владеть физико-химическим аппаратом масс-спектральных методов	Отсутствие владения	Неполное владение некоторыми элементами физико-химического аппарата масс-спектральных методов	Поверхностное владение физико-химическим аппаратом масс-спектральных методов в ряде случаев	Довольно полное, но содержащее отдельные пробелы владение физико-химическим аппаратом масс-спектральных методов	Сформированное систематическое владение физико-химическим аппаратом масс-спектральных методов	Основной вопрос в ходе зачета

